

04 P 00205



S16

19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

12 **Offenlegungsschrift**  
10 **DE 100 09 729 A 1**

51 Int. Cl. 7:  
**C 25 F 7/00**  
C 23 F 3/00  
B 01 L 9/00

21 Aktenzeichen: 100 09 729.4  
22 Anmeldetag: 2. 3. 2000  
43 Offenlegungstag: 6. 9. 2001

DE 100 09 729 A 1

71 Anmelder:  
Gesellschaft für Biotechnologische Forschung mbH  
(GBF), 38124 Braunschweig, DE

74 Vertreter:  
Patentanwälte Dr. Boeters, Bauer, Dr. Forstmeyer,  
81541 München

72 Erfinder:  
Blöcker, Helmut, Dr., 38124 Braunschweig, DE;  
Neelen, Bernhard, Dr., 38124 Braunschweig, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

54 Vorrichtung zum galvanischen Ätzen dünner Metallfolien

57 Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung und ein Verfahren zum galvanischen Ätzen einer dünnen Metallfolie zur Herstellung von strukturierten flexiblen Metallfolie für eine Mikrotitrationsanlage, wobei die herzustellende Metallfolie aus einem perforierten Band mit vorspringenden Nadelspitzen zur Aufnahme von biologischen Proben einer Mikrotiterplatte besteht und die Vorrichtung ein galvanisches Bad mit einer Salzlösung aufweist und in dem Bad eine auf Kathodenpotential liegende Kathodenplatte und eine Anodenzuführung angeordnet sind, wobei die zu ätzende Metallfolie auf einer ersten Seite mit einer adhäsiven geschlossenen Isolationsfolie laminiert und eine der ersten Seite gegenüberliegende zweite Seite mit einer adhäsiven Isolationsfolie, welche die zu bildende Struktur abdeckt, maskiert ist, die Anodenzuführung einen Spannrahmen für die zu ätzende Metallfolie aufweist, in den die Metallfolie eingespannt und auf Anodenpotential gelegt ist, der Spannrahmen die zweite Seite der Metallfolie nach unten und um einen Winkel geneigt im galvanischen Bad hält und die Metallfolie mit der Anodenzuführung verbindet und die Kathodenplatte planparallel zu der aufgespannten Metallfolie und unterhalb der Metallfolie um den gleichen Winkel geneigt angeordnet ist.

DE 100 09 729 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung und ein Verfahren zum galvanischen Ätzen dünner Metallfolien entsprechend dem Oberbegriff der unabhängigen Ansprüche.

Eine derartige Vorrichtung zum galvanischen Ätzen dünner Metallfolien wird zur Herstellung von strukturierten flexiblen Metallfolien für eine Mikrotitrationsanlage eingesetzt. Die herzustellende Metallfolie besteht im wesentlichen aus einem perforierten Band mit vorspringenden Nadelspitzen zur Aufnahme von biologischen Proben einer Mikrotiterplatte. Die Vorrichtung zum galvanischen Ätzen weist ein galvanisches Bad mit einer Salzlösung auf und eine in dem Bad auf Kathodenpotential liegende Kathodenplatte, sowie eine Anodenzuführung.

Die strukturierte Metallfolie aus einem perforierten Band weist vorspringende Nadelspitzen zur Aufnahme von biologischen Proben auf. Diese Nadelspitzen sind in einer Richtung senkrecht zur Metallfolie biegsam und bleiben in der Ebene der Metallfolie selbst formstabil bleiben. Deshalb kommen für diese Anwendung federelastische Metallfolien von minimaler Dicke in Betracht.

Derartige Metallfolien zu strukturieren, ist mit herkömmlichen Mitteln, wie Stanztechnik, Schneidtechnik, Laserstrahlschneiden oder anderen bekannten Verfahren nicht spannungsfrei durchführbar, so daß sich insbesondere die Nadelspitzen verwölben, verbiegen oder in anderer Weise deformieren, so daß derartige herkömmliche Verfahren nicht geeignet erscheinen. Bisher bekannte galvanische Vorrichtungen und Verfahren ermöglichen zwar eine Metallfolie spannungsfrei zu ätzen, jedoch ergeben sich dabei Strukturen mit ausgefranzten Rändern, die ein Ätzen präziser Nadelspitzen nicht zulassen. Ferner entsteht bei den konventionellen galvanischen Ätzverfahren ein hoher Anteil an Metallhydroxiden, die ein häufiges Reinigen oder Wechseln des galvanischen Bades erfordern.

Die Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von strukturierten Metallfolien anzugeben, mit dem aus einer ebenen Folie bandförmige Strukturen mit hochpräzisen Rändern und aneinandergeketeten, spitz zulaufenden Probenentnahmenadeln, die bei der Mikrotitration eingesetzt werden können, herstellbar sind.

Gelöst wird diese Aufgabe mit dem Gegenstand der unabhängigen Ansprüche. Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung ergeben sich aus den Merkmalen der abhängigen Ansprüche.

Um eine flexible dünne Metallfolie exakt zu strukturieren, ist die zu ätzende Metallfolie auf einer ersten Seite mit einer adhäsiven geschlossenen Isolationsfolie laminiert und auf einer der ersten Seite gegenüberliegenden zweiten Seite mit einer adhäsiven Isolationsfolie, welche die zu bildende Struktur abdeckt, maskiert. Die Anodenzuführung weist einen Spannrahmen für die zu ätzende Metallfolie auf, in den die Metallfolie eingespannt und auf Anodenpotential gelegt wird. Der Spannrahmen selbst hält die zweite Seite der Metallfolie nach unten und um einen Winkel geneigt und verbindet die Metallfolie mit der Anodenzuführung. Die Kathodenplatte ist planparallel zu der aufgespannten Metallfolie und unterhalb der Metallfolie um den gleichen Winkel geneigt im galvanischen Bad angeordnet.

Mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung kann ein kontrolliertes Freischneiden der dünnwandigen Metallfolie erfolgen. Es können komplexe Strukturen und mehrfach sich ineinander umgrenzende Teile und Flächen verspannungs- und kräftefrei aus der Metallfolie herausgelöst werden. Die Gestaltungsmöglichkeiten mit Hilfe dieser Vorrichtung sind relativ unabhängig von der Dimension und reichen von feinsten Strukturen mit Abmessungen unter 100 µm bis zu groß-

flächig durchbrochenen oder bandförmigen Anordnungen. Damit gewährt die Vorrichtung eine preiswerte Alternative zu Stanzeinrichtungen, die bei Folienstärken unter 0,05 mm bereits ihre Möglichkeiten überschritten haben. Auch Schneidlaser bieten aufgrund des Temperaturverzuges keine Lösung für ein kontrolliertes Freischneiden von dünnwandigen Folien. Die Vorrichtung kann sowohl für die Automation als auch für manuelle Kleinserienproduktion eingesetzt werden. Die mit dieser Vorrichtung erreichbare strukturelle Untergrenze für freie Stege liegt zwischen 150 und 200 µm und für Öffnungen bei etwa 100 µm.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden dünnwandige V2A-Stahlfolien von 0,025 bis 0,250 mm als Metallfolien eingesetzt. Diese dünnwandigen V2A-Stahlfolien haben den Vorteil, daß sie sich ausgezeichnet für Nadelspitzen zur Aufnahme von biologischen Proben einer Mikrotiterplatte eignen.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist die strukturierte Isolationsfolie eine mit einem Schneidplotter strukturierte adhäsive dehnbare Kunststoff-Folie. Derartige Kunststoff-Folien können mit entsprechend präzisen Schneidplottern vorprogrammiert und geschnitten werden und bei sehr feinen Strukturen mit Hilfe einer Übertragungsfolie auf die Metallfolie aufgebracht werden. Ein Vorteil dieser Schneidplotter ist, daß keine aufwendige photochemische Herstellung einer strukturierten Isolationsfolie erforderlich ist.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung weist die Metallfolie maskierungsfreie Bereiche zum Einspannen und zum elektrischen Kontaktieren auf. Derartige Einspann- oder Kontaktierungsbereiche müssen frei von Schutzfetten oder anderen Beschichtungen gehalten werden, damit ein hoher Strom bzw. eine große positive anodische Ladung über die maskierungsfreien Bereiche angeschlossen werden kann.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist, der Neigungswinkel für die eingespannte Metallfolie und für die Kathodenplatte 15 bis 30°, vorzugsweise 20 bis 25°. Unter diesem Neigungswinkel entstehen auf der Kathodenplatte in dem galvanischen Bad unter Einwirkung der elektrischen Ladung Gasbläschen, die von der Kathodenplatte zur Metallfolie wandern und die zweite Seite der Metallfolie bedecken, und damit den größten Teil der freiliegenden Metallfläche der Metallfolie abschirmen. Diese Abschirmung ist in den Randbereichen jedoch nicht perfekt, so daß der Abtrag in den Randbereichen beschleunigt auftritt, während die Bläschen langsam entlang der schiefen Ebene der zweiten Seite der Metallfolie nach oben im galvanischen Bad wandern. Die Ungleichverteilung der Bläschen zwischen freiliegenden Metallflächen und Randzonen zu den maskierten Flächen der Metallfolie hat aufgrund der erfindungsgemäßen Anordnung der Kathodenplatte und dem Spannrahmen für die Metallfolie die Wirkung, daß die Randbereiche derart schnell und stark geätzt werden, daß bereits nach wenigen Sekunden der elektrische Kontakt in den Randbereichen unterbrochen wird und somit die Randbereiche freigeschnitten sind.

In einer bevorzugten weiteren Ausführungsform der Erfindung ist der Abstand zwischen der geeigneten Metallfolie und der geeigneten Kathodenplatte zwischen 3 bis 10 mm, vorzugsweise zwischen 5 bis 7 mm. Dieser geringe Abstand sorgt dafür, daß die generierten Bläschen sich nicht zu großen Blasen auf dem Weg von der Kathode zur Anode vereinen und somit ein dichtes abschirmendes Netz von Bläschen auf der Oberfläche der Metallelektrode entsteht, das nur in den Randzonen gestört ist und dort einen erhöhten Abtrag von Material bei der erfindungsgemäßen Anordnung von Kathode und Anode in diesem Abstandsbereich ermöglicht.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist, die Seite der Kathodenplatte mindestens doppelt so groß wie die strukturierte zweite Seite der Metallfolie. Aufgrund dieser Größenverhältnisse wird dafür gesorgt, daß die Generation von Bläschen zur Abdeckung der Metallfolie kontinuierlich und in ausreichender Menge gegeben ist. Außerdem sorgt eine große Kathodenfläche dafür, daß das elektrische Feld zwischen Kathodenplatte und auf Anodenpotential liegender Metallfolie homogenisiert wird.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist in dem galvanischen Bad eine Heizvorrichtung angeordnet, die das galvanische Bad auf einer Temperatur von 30 bis 50°C, vorzugsweise 38 bis 42°C mit Hilfe eines Reglers regelt. Bei dieser Betriebstemperatur ist die Bläschenbildung besonders intensiv und fördert damit den asymmetrischen Abtrag auf den freiliegenden Metallflächen der Metallfolie, so daß ein Freischneiden in den Randzonen auf der zweiten strukturierten Seite beschleunigt wird.

Eine weitere bevorzugte Ausführungsform der Erfindung sieht vor, daß eine Filtervorrichtung zur Reinhaltung der Salzlösung an das galvanische Bad angeschlossen ist. Eine derartige Filtervorrichtung sorgt dafür, daß die entstehenden Ausfällungen von Metallhydroxiden aufgefangen werden und die gefilterte reine Salzlösung dem galvanischen Bad wieder zugeführt werden kann. Ferner weist die Vorrichtung vorzugsweise eine Stromversorgung auf, die an das galvanische Bad angeschlossen ist und eine Stromdichte zwischen 0,25 bis 0,3 A/cm<sup>2</sup> bei einer Versorgungsspannung von 3,5 bis 4 V liefert. Mit dieser Stromdichte bei der entsprechenden Versorgungsspannung ist es möglich, in wenigen Sekunden den Randbereich von der zweiten Seite der Metallfolie aus freizuschneiden.

Um eine Sichtkontrolle während des Prozesses zu ermöglichen, ist vorzugsweise die nichtstrukturierte obere Isolationsfolie, die die Metallfolie geschlossen abdeckt, eine Klar-sichtfolie, so daß das Bedienungspersonal unmittelbar erkennen kann, wann das Freischneiden in den Randzonen mittels der galvanischen Ätzung in dieser erfindungsgemäßen Vorrichtung beendet ist.

Ein Verfahren von strukturierten flexiblen Metallfolien für die Mikrotitration, die aus einem perforierten Band mit vorspringenden Nadelspitzen zur Aufnahme von biologischen Proben einer Mikrotiterplatte bestehen, wobei die Nadeln in einer Richtung senkrecht zur Metallfolie biegsam und in der Ebene der Metallfolien formstabil bleiben sollen, weist folgende Verfahrensschritte auf:

- a) Aufbringen einer nichtstrukturierten Isolierschicht auf einer ersten Seite der Metallfolie,
- b) Aufbringen einer strukturierten Isolierschicht auf einer der ersten Seite gegenüberliegenden zweiten Seite der Metallfolie, wobei die Struktur der strukturierten Isolierschicht der Struktur der herzustellenden strukturierten flexiblen Metallfolie für die Mikrotitration entspricht,
- c) Einspannen der Metallfolie in einen Spannrahmen und Verbinden der Metallfolie mit einer Anodenzuführung,
- d) Eintauchen der mit Isolierschichten versehenen Metallfolie in ein galvanisches Bad planparallel zu einer Kathodenplatte,
- e) Anlegen einer Anoden-/Kathodenspannung an Metallfolie und Kathodenplatte,
- f) Randzonenätzen der Übergänge von isolierten Flächenbereichen zu freiliegenden Metallflächenbereichen der Metallfolie,
- g) automatisches Beenden der galvanischen Ätzung nach Durchätzen der Randzonen.

Dieses erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht ein kontrolliertes Freischneiden dünnwandiger Metallfolien und kann komplexe Strukturen und mehrfach sich einander umgrenzende Teile und Flächen verspannungs- und kräftefrei aus der Metallfolienfläche herauslösen. Die Gestaltungsmöglichkeiten dieses Verfahrens sind relativ unabhängig von der Dimension und reichen von großflächig bis zu durchbrochenen und bandförmigen Strukturen. Dieses Verfahren ist eine preiswerte Alternative zur Stanstechnik, die sich bei Wandstärken von 0,05 mm beispielsweise für V2A im Grenzbereich ihrer Möglichkeiten befindet. Wird unter Einsatz eines Schneidlasers ein Freischneiden derart dünner Folien durchgeführt, so ergibt sich ein Temperaturverzug, der bei dem erfindungsgemäßen Verfahren nicht auftritt.

Das Verfahren eignet sich darüber hinaus zur Automation für Großserien und kann auch zur manuellen Kleinserienproduktion eingesetzt werden. Ein besonderer Vorteil dieses Verfahrens ist es, daß keine besondere Prozeßsteuerung benötigt wird, da sich alle freigeschnittenen Objekte selbstständig separieren bzw. von einer weiteren Energiezufuhr abschneiden, sobald sie freigeschnitten sind.

Bei dem Verfahren wird zum Freischneiden komplexer Strukturen vorzugsweise eine V2A-Metallfolie einseitig mit einer geschlossenen adhäsiv klebenden Polyvinylchlorid- oder Polyethylenfolie versiegelt. Die gegenüberliegende Metallfolien-seite wird in direkter Entsprechung der zu generierenden Metallstruktur maskiert. Diese Maskierung wird aus einer möglichst dehnfreien Kunststoff-Folie geschnitten, die ebenfalls adhäsiv ist. Die so erzeugten Maskierfolien lassen sich bei Kleinserien durch Übertragungsfolien aufbringen, und bei größeren Stückzahlen kann diese Maskierung ungeschnitten auf die Metallfolie aufgebracht werden und anschließend geschnitten werden.

Die derart zugeschnittenen Strukturen sind lediglich durch Abziehen der umgebenden Flächen freizulegen. Eine Automatisierung dieses Vorgangs des Folienschneidens und Abziehens ist von den geometrischen Eigenschaften der freizulegenden Struktur abhängig.

Die entsprechend präparierten Metallfolien werden daraufhin so in einen Spannrahmen eingespannt, daß ausschließlich maskierungsfreie Bereiche zur Befestigung benutzt werden. Innerhalb der Halterung sorgen Kontaktflächen für einen möglichst belastbaren elektrischen Kontakt zu diesen offenen und freigelegten Metallfolienbereichen, so daß über den Spannrahmen eine positive anodische Ladung angeschlossen werden kann. Danach wird der Spannrahmen in ein nach oben offenes galvanisches Bad eingesetzt, so daß die aufgespannte Metallfolie unter einem Neigungswinkel gegenüber der Horizontalen in dem galvanischen Bad angeordnet ist. Die maskierten Flächen der Metallfolie befinden sich bei der erfindungsgemäßen Anordnung auf der nach unten zeigenden Seite.

Innerhalb des galvanischen Bades ist eine Kathodenplatte in dem gleichen Neigungswinkel wie die Metallfolie platziert und weist einen gleichbleibenden Abstand zur Metallfolie auf. Die Salzlösung des galvanischen Bades ist vorzugsweise konzentrierte NaCl-Lösung, in die die Metallfolie und die Kathodenplatte vollständig eingetaucht sind. Eine Heizvorrichtung mit einer entsprechenden Regelung sorgt innerhalb des galvanischen Bades für eine konstante Temperatur.

Vorzugsweise findet während des Randzonenätzens eine einfache Filtration von ausgefällten Hydroxiden statt, so daß die Salzlösung rückstandsfrei zurückgeführt werden kann.

In einer bevorzugten Durchführung des Verfahrens wird eine Gleichspannung zwischen der als Anode geschalteten Metallfolie und einer metallischen Kathodenplatte für 60 bis

150 Sekunden angelegt. Da aufgrund der erfindungsgemäßen Anordnung der Kathode und der Metallfolie der freiliegende Metallbereich durch Bläschenabdeckung abgeschirmt wird und deshalb vorzugsweise die Randzonen der zu strukturierenden Metallfolie geätzt werden, ist dieses Freischneiden der Struktur nach einer relativ kurzen Einwirkungszeit abgeschlossen.

Bei diesem Verfahren wird vorzugsweise eine Stromdichte von 0,25 bis 0,3 A/cm<sup>2</sup> während des Ätzvorgangs eingehalten. Anstelle der vorzugsweise eingesetzten Kunststoff-Folien als Isolierschichten kann die strukturierte Isolierschicht auch mittels Siebdruckverfahren aufgebracht sein.

Ein anderes Verfahren, um die strukturierte Isolierschicht herzustellen, ist das Einsetzen von Photolacken und das Strukturieren dieser Photolacke durch Kontaktbelichten, Entwickeln und Aushärten des Photolacks zu einer strukturierten Isolierschicht. Vorzugsweise kann auch eine Kombination aus einem Abdecken der ersten Seite der Metallfolie mit einer adhäsiven Kunststoff-Folie als Isolierschicht und einem Strukturieren der zweiten Seite der Metallfolie durch ein Photolithographieverfahren mit einer strukturierten Isolierschicht ausgeführt werden.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung kann auch ein endloses Kunststoffband mit anhaftender Metallfolie auf der ersten Seite der Metallfolie und vorbereiteter strukturierter Isolierschicht auf der zweiten Seite der Metallfolie kontinuierlich durch ein elektrolytisches Bad unter einem entsprechenden Neigungswinkel und einer Mechanischen Spannvorrichtung mit Kontakt- und/oder Spannrollen über einer entsprechend angeordneten Kathodenplatte gezogen werden. Ein derartiges kontinuierliches Verfahren hat den Vorteil einer Herstellung von unbegrenzt vielen strukturierten Teilen und ist deshalb der Automation zugänglich.

In einem weiteren bevorzugten Verfahren wird ein endloses Kunststoffband mit anhaftender Metallfolie und vorbereiteter strukturierter Isolierschicht auf der zweiten Seite der Metallfolie kontinuierlich nacheinander durch mehrere Bearbeitungsbadern geführt, in denen nacheinander mit Wasser gespült, in Kochsalzlösung elektrolytisch geätzt, in Wasser wieder gespült, in Lösungsbädern die strukturierte Isolierschicht von der strukturierten Metallfolie abgelöst und in Trennbädern das Kunststoffband von der strukturierten Metallfolie getrennt und in Reinigungsbädern die strukturierte Metallfolie von organischen und anorganischen Kontaminationen und anhaftenden Resten gereinigt. Mit diesem kontinuierlichen Verfahren ist in vorteilhafter Weise eine Massenproduktion möglich. Als letzter Schritt bei einem derartigen Verfahren schließt sich vorzugsweise nach einer nachchemischen Herstellung der strukturierten Metallfolie ein rückstandsfreies Trocknen an.

Weitere Vorteile, Merkmale und Anwendungsmöglichkeiten der Erfindung werden nun anhand von Ausführungsbeispielen unter Bezugnahme auf die beigefügten Zeichnungen näher erläutert.

**Fig. 1** zeigt eine prinzipielle Anordnung zur Strukturierung einer Metallfolie in einem galvanischen Bad.

**Fig. 2** zeigt einen Ausschnitt A der **Fig. 1** mit fortgeschrittener Randzonenätzung.

**Fig. 3** zeigt einen prinzipiellen Aufbau einer Ausführungsform der Erfindung.

**Fig. 4** zeigt eine strukturierte flexible Metallfolie für eine Mikrotitrationsanlage.

**Fig. 1** zeigt eine prinzipielle Anordnung zur Strukturierung einer Metallfolie **1** in einem galvanischen Bad **4**. Dazu ist die Metallfolie an eine Anodenzuführung **7** angeschlossen und eine erste Seite **8** ist von einer geschlossenen Isola-

tionsschicht **9** abgedeckt. Diese Isolationsschicht **9** ist in dieser Ausführungsform eine klarsichtige Kunststoff-Folie, so daß nach einem kontrollierten Freischneiden der dünnwandigen Metallfolie **1** das Ende des Vorgangs unmittelbar sichtbar wird. Die zweite Seite **10** der Metallfolie **1** ist in den Bereichen, die nicht geätzt werden sollen, von einer Isolierschicht **11** abgedeckt. Diese zweite Seite **10** der Metallfolie zeigt nach unten, so daß sich bildende Metallhydroxide nicht auf der Struktur absetzen können und damit ein gleichmäßiges Freischneiden behindern. Gegenüber der auf Anodenpotential liegenden Metallfolie **1** ist eine Kathodenplatte **6** angeordnet, die auf Kathodenpotential liegt. Zwischen Metallfolie **1** und Kathodenplatte **6** ist das galvanische Bad mit einer konzentrierten Kochsalzlösung aufgefüllt. Beim Einschalten einer Versorgungsspannung stellt sich eine Stromdichte von etwa 0,25 bis 0,3 A/cm<sup>2</sup> ein. Diese Stromdichte wirkt jedoch nicht gleichförmig auf die freiliegenden Flächen **19** der Metallfolie **1**, sondern der Strom konzentriert sich auf die Randzonen **16** zwischen der Isolationsschicht **11** und den freien Flächen **19** der zweiten Seite **10** der Metallfolie. Dieser Randzoneneffekt wird näher mit der **Fig. 2** gezeigt. Während von der Kathode aufsteigende Gasbläschen **18** relativ gleichmäßig und dicht die freiliegenden Flächen **19** der zweiten Seite **10** der auf Anodenpotential liegenden Metallfolie **1** abdecken, kommt es in den Randzonen **16** zu Unregelmäßigkeiten, die das Bilden von Metallionen **17** und das Abwandern von positiv geladenen Metallionen **17** von den Randzonen zur Kathodenplatte fördern. Damit verbunden ist ein erhöhter Abtrag der Randzonen gegenüber den freiliegenden Flächen **19** der zweiten Seite **10** der Metallfolie **1**.

Sobald der Metallionenabtrag in den Randzonen **16** fortgeschritten ist und die klarsichtige Kunststoff-Folie **9** auf der ersten Seite **8** der Metallfolie erreicht, kann das Ende des Freischneidens von oben beobachtet werden und die strukturierte Metallfolie dem galvanischen Bad entnommen werden. Ein längeres Verbleiben der Metallfolie im galvanischen Bad wird ein Weiterätzen nicht fördern, da zwischenzeitlich durch den Effekt der Randzonenätzung die freiliegenden Flächen **19** vom Anodenpotential isoliert sind.

**Fig. 3** zeigt einen prinzipiellen Aufbau einer Ausführungsform der Erfindung. Bei dieser Ausführungsform der Erfindung wurde die Wirkung der Gasblasenbildung optimiert, indem sowohl Kathode als auch Anode unter einem Neigungswinkel  $\alpha$  in dem galvanischen Bad **4** angeordnet werden. In dieser Ausführungsform ist der Neigungswinkel  $\alpha$  gegenüber der Horizontalen 20°, da es sich gezeigt hat, daß bei dieser Winkelstellung die Randzonenätzung und damit das Freischneiden einer metallischen Struktur optimal und schnell vorangeht. Das galvanische Bad **4** wird mit Hilfe einer Heizvorrichtung **14**, die in dem galvanischen Bad angeordnet ist, über einen Regler auf konstanter Temperatur gehalten. Diese konstante Temperatur liegt in dieser Ausführungsform bei 40°C. Das Anodenpotential **13** wird der in einem Spannrahmen **12** eingespannten Metallfolie **1** über eine isolierte Anodenzuführung **7** zugeführt. Eine entsprechende isolierte Kathodenzuführung **20** versorgt die Kathodenplatte **6** und weist ihrerseits eine doppelt so große Fläche auf wie die zu strukturierende Metallfolie **1**. Die Stromdichten werden in der Ausführungsform nach **Fig. 3** genauso eingestellt wie in der Ausführungsform nach **Fig. 1**. Der Neigungswinkel  $\alpha$  fördert ein Wandern der Gasblasen **18** entlang der geneigten Ebene der Metallfolie nach oben und bewirkt ein bevorzugtes Ätzen der Randzonen **16**.

**Fig. 4** zeigt eine strukturierte flexible Metallfolie **1** für eine Mikrotitrationsanlage. Diese besteht im wesentlichen aus einem perforierten Band **2**, von dem Nadelspitzen **3** zur Aufnahme von biologischen Proben einer Mikrotiterplatte

vorspringen. Da die Metallfolie 1 mit 0,025 mm sehr dünn ist, sind auch die Nadelspitzen äußerst dünn und deshalb senkrecht zu der Oberfläche der strukturierten Metallfolie leicht elastisch biegsam, während sie in der Ebene der Metallfolie formstabil bleiben. Derartig fein strukturierte Bänder aus einem V2A-Stahl sind nur mit dem erfindungsgemäßen Verfahren darstellbar.

#### Bezugszeichenliste

1 flexible Metallfolie	
2 perforiertes Band	
3 Nadelspitzen	
4 galvanisches Bad	
5 Salzlösung	5
6 Kathodenplatte	
7 Anodenzuführung	
8 erste Seite	
9 nichtstrukturierte Isolationsfolie	
10 zweite Seite	10
11 strukturierte Isolationsfolie	
12 Spannrahmen	
13 Anodenpotential	
$\alpha$ Neigungswinkel gegenüber der Horizontalen	
14 Heizvorrichtung	15
15 Übergänge von Isolation zu Metalloberflächen	
16 Randzonen	
17 Metallionen	
18 Gasblasen	
19 freiliegende Fläche	20
20 Kathodenzuführung	

#### Patentansprüche

1. Vorrichtung zum galvanischen Ätzen einer dünnen Metallfolie zur Herstellung von strukturierten flexiblen Metallfolien (1) für eine Mikrotitrationsanlage, wobei die herzustellende Metallfolie (1) aus einem perforierten Band (2) mit vorspringenden Nadelspitzen (3) zur Aufnahme von biologischen Proben einer Mikrotiterplatte besteht und die Vorrichtung ein galvanisches Bad (4) mit einer Salzlösung (5) aufweist und in dem Bad (4) eine auf Kathodenpotential liegende Kathodenplatte (6) und eine Anodenzuführung (7) angeordnet sind, **dadurch gekennzeichnet**, daß
  - die zu ätzende Metallfolie (1) auf einer ersten Seite (8) mit einer adhäsiven geschlossenen Isolationsfolie (9) laminiert ist und eine der ersten Seite (8) gegenüberliegende zweite Seite (10) mit einer adhäsiven Isolationsfolie (11), welche die zu bildende Struktur abdeckt, maskiert ist,
  - die Anodenzuführung (7) einen Spannrahmen (12) für die zu ätzende Metallfolie (1) aufweist, in den die Metallfolie (1) eingespannt und auf Anodenpotential (13) gelegt ist,
  - der Spannrahmen (12) die zweite Seite (10) der Metallfolie (1) nach unten und um einen Winkel ( $\alpha$ ) geneigt im galvanischen Bad (4) hält und die Metallfolie (1) mit der Anodenzuführung (7) verbindet,
  - die Kontaktplatte (6) planparallel zu der aufgespannten Metallfolie (1) und unterhalb der Metallfolie (1) um den gleichen Winkel ( $\alpha$ ) geneigt angeordnet ist.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Metallfolie (1) eine dünnwandige V2A-Stahlfolie von 0,025 bis 0,250 mm ist.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder nach Anspruch

2, dadurch gekennzeichnet, daß die strukturierte Isolationsfolie (11) eine mit einem Schneidplotter strukturierte adhäsive dehnfreie Kunststoff-Folie ist.

4. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Metall-Folie (1) maskierungsfreie Bereiche zum Einspannen und zum elektrischen Kontaktieren aufweist.

5. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Neigungswinkel ( $\alpha$ ) für die Kathodenplatte (6) und die eingespannte Metallfolie (1) 15 bis 30°, vorzugsweise 20 bis 25° ist.

6. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Abstand zwischen der Metallfolie (1) und der Kathodenplatte (6) 3 bis 10 mm, vorzugsweise 5 bis 7 mm ist.

7. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Salzlösung (5) eine konzentrierte NaCl-Lösung ist.

8. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Seite der Kathodenplatte (6) mindestens doppelt so groß ist wie die zu strukturierende Metallfolie (1).

9. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß eine Heizvorrichtung (14) in dem galvanischen Bad (4) angeordnet ist.

10. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Badtemperatur mittels der Heizvorrichtung (10) und einem Regler konstant auf einer Temperatur von 30°C bis 50°C, vorzugsweise von 38°C bis 42°C geregelt ist.

11. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß eine Filtrvorrichtung zur Reinhaltung der Salzlösung an das Bad (4) angeschlossen ist.

12. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß eine Stromversorgung an das galvanische Bad (4) angeschlossen ist, die eine Stromdichte zwischen 0,25 bis 0,3 A/cm<sup>2</sup> bei einer Versorgungsspannung von 3,5 bis 4 V liefert.

13. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die nichtstrukturierte obere Isolationsfolie (9) eine Klarsichtfolie ist.

14. Verfahren zur Herstellung von strukturierten flexiblen Metallfolien (1) für die Mikrotitration, die aus einem perforierten Band (2) mit vorspringenden Nadelspitzen (3) zur Aufnahme von biologischen Proben einer Mikrotiterplatte bestehen, wobei die Nadeln (3) in einer Richtung senkrecht zur Metallfolie (1) biegsam und in der Ebene der Metallfolie (1) formstabil bleiben sollen, das durch folgende Verfahrensschritte gekennzeichnet ist:

- a) Aufbringen einer nichtstrukturierten Isolierschicht (9) auf einer ersten Seite (8) der Metallfolie (1),
- b) Aufbringen einer strukturierten Isolierschicht (11) auf einer der ersten Seite (8) gegenüberliegenden zweiten Seite (10) der Metallfolie (1), wobei die Struktur der strukturierten Isolierschicht (11) der Struktur der herzustellenden strukturierten flexiblen Metallfolie (1) für die Mikrotitration entspricht,
- c) Einspannen der Metallfolie (1) in einen Spannrahmen (12) und Verbinden der Metallfolie (1) mit einer Anodenzuführung (7),
- d) Eintauchen der mit Isolierschichten (9, 11) versehenen Metallfolie (1) in ein galvanisches

Bad (4) planparallel zu einer Kathodenplatte (6),  
 e) Anlegen einer Anoden-/Kathodenspannung an die Metallfolie (1) und die Kathodenplatte (6),  
 f) Randzonenätzen der Übergänge (15) von isolierten Flächenbereichen zu freiliegenden Metallflächenbereichen der Metallfolie (1),  
 g) automatisches Beenden der elektrolytischen Ätzung nach Durchätzen der Randzonen (16).

15. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß das galvanische Bad (4) während des Randzonenätzens einer einfachen Filtration von ausgefallten Hydroxiden ausgesetzt ist und rückgeführt wird. 10
16. Verfahren nach Anspruch 14 oder Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß eine Gleichspannung zwischen der als Anode geschalteten Metallfolie (1) und einer metallischen Kathodenplatte (6) für 60 bis 150 Sekunden angelegt wird. 15
17. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß eine Stromdichte von 0,25 bis 0,3 A/cm<sup>2</sup> während des Ätzvorgangs eingehalten wird. 20
18. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß als Isolierschicht (9, 11) Kunststoff-Folien aufgeklebt werden.
19. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die strukturierte Isolierschicht (11) mittels Siebdruckverfahren aufgebracht wird. 25
20. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß als Isolierschicht (9, 11) Photolacke eingesetzt werden und die Strukturierung der Isolierschicht (11) durch Kontaktbelichten, Entwickeln und Aushärten des Photolacks zu einer strukturierten Isolierschicht (11) erfolgt. 30
21. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß eine erste Seite (8) der Metallfolie (1) mit einer adhäsiven Kunststoff-Folie (9) als Isolierschicht abgedeckt wird und die zweite Seite (10) der Metallfolie (1) durch ein Photolithographieverfahren mit einer strukturierten Isolierschicht (11) versehen wird. 40
22. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche 14 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß die mit einer strukturierten Isolierschicht 11 versehene zweite Seite (10) im galvanischen Bad (4) nach unten gegenüber der Horizontalen geneigt angeordnet wird. 45
23. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß ein endloses Kunststoffband mit anhaftender Metallfolie (1) auf der ersten Seite (9) der Metallfolie (1) und vorbereiteter strukturierter Isolierschicht (11) auf der zweiten Seite (10) der Metallfolie kontinuierlich durch ein elektrolytisches Bad (4) gezogen wird. 50
24. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 23, dadurch gekennzeichnet, daß ein endloses Kunststoffband mit anhaftender Metallfolie (4) und vorbereiteter strukturierter Isolierschicht (11) auf der zweiten Seite (10) der Metallfolie (1) kontinuierlich nacheinander durch mehrere Bearbeitungsbäder geführt wird, in denen nacheinander mit H<sub>2</sub>O gespült, in Kochsalzlösung elektrolytisch geätzt, in H<sub>2</sub>O gespült, in Lösungsbädern die strukturierte Isolierschicht (11) von der strukturierten Metallfolie gelöst, in Trennbädern das Kunststoffband von der strukturierten Metallfolie getrennt und in Reinigungsbädern die strukturierte Metallfolie (1) von organischen und anorganischen Kontaminationen und anhaftenden Resten gereinigt wird. 60
25. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 24, 65

dadurch gekennzeichnet, daß nach einem naßchemischen Herstellen der strukturierten Metallfolie (1) diese rückstandsfrei getrocknet wird.

---

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

---

- Leerseite -

Fig. 1

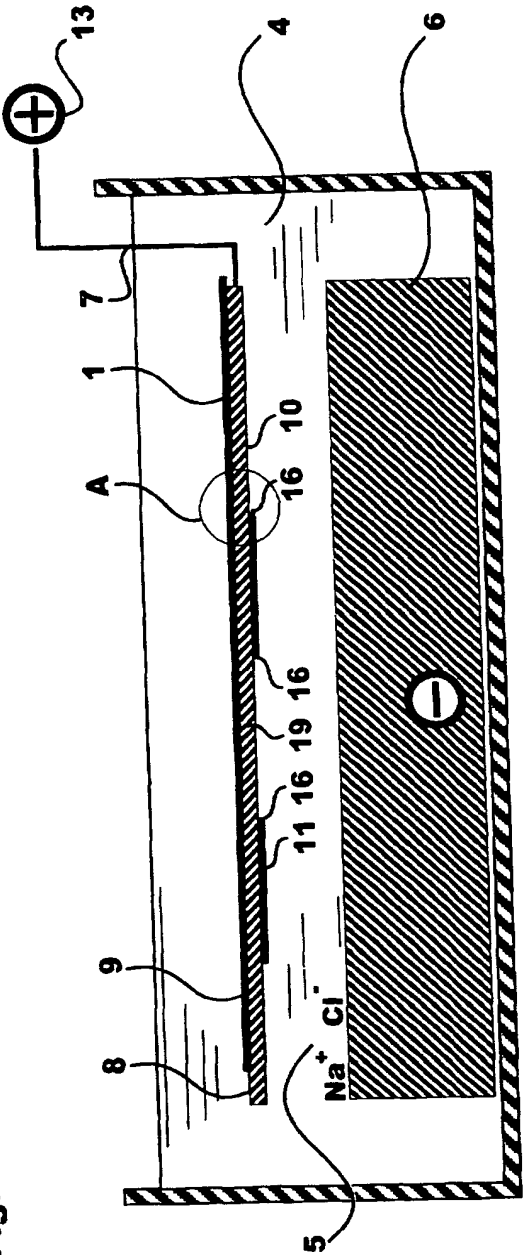


Fig. 2

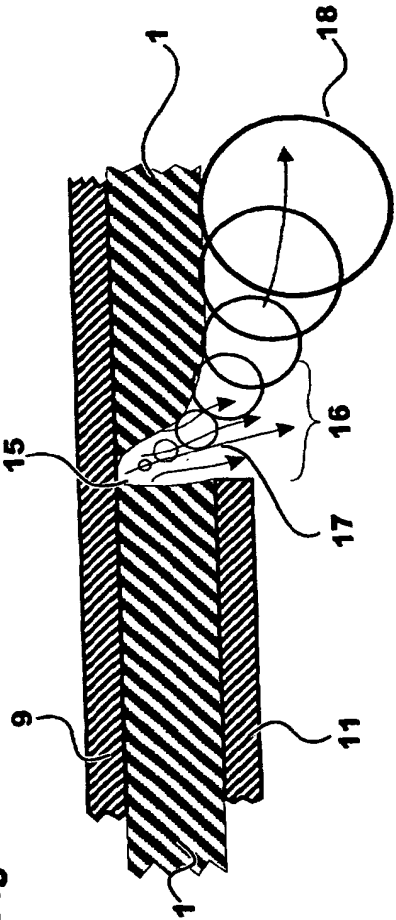
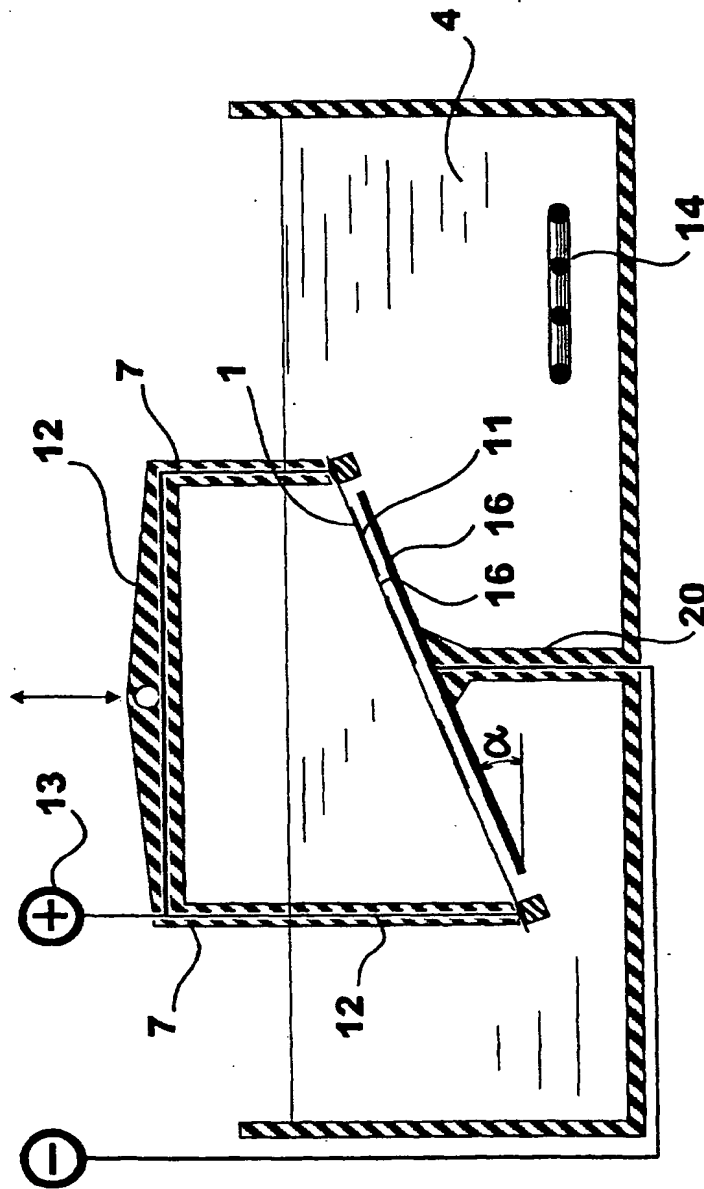




Fig. 3



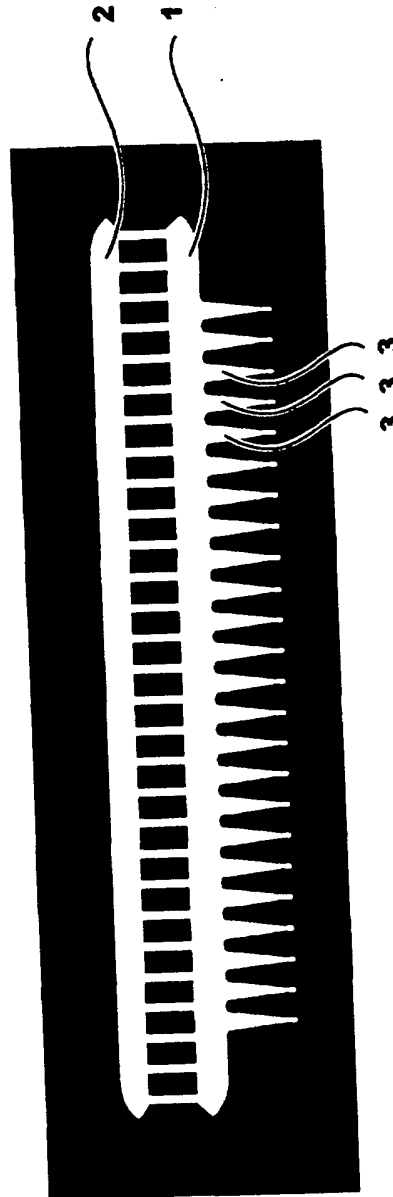


Fig. 4

BEST AVAILABLE COPY